

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-190794

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>C 30 B 15/00  
27/02

識別記号

庁内整理番号

8518-4G  
8518-4G

④ 公開 昭和63年(1988)8月8日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全3頁)

④ 発明の名称 単結晶製造方法およびその装置

② 特 願 昭62-23373

② 出 願 昭62(1987)2月2日

⑦ 発 明 者 中 川 正 広 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内  
⑦ 発 明 者 多 田 紘 二 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内  
⑦ 発 明 者 龍 見 雅 美 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内  
⑦ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地  
⑦ 代 理 人 弁理士 青木 秀 實

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

単結晶製造方法およびその装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) チョクラルスキー法による単結晶製造において、引上げ軸と同心に、軸に取り付けた羽根を用い、単結晶引上げを行う前段階で、原料融液表面、もしくは液体封止剤の中に混在しているスカムを、るつぼの壁付近に追いやり、るつぼの中心部のひろい範囲にわたってスカムをなくしてから成長を行うことを特徴とする単結晶製造方法。

(2) チョクラルスキー法による単結晶製造装置において引上げ軸と同心に、上下することができ、軸により羽根を取り付けたことを特徴とする単結晶製造装置。

(3) 羽根がPBN製である特許請求の範囲第2項記載の単結晶製造装置。

## 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、GaAs, InP, Si等の単結晶の製造

方法およびそのための製造装置に関するものである。

## [従来技術]

従来のチョクラルスキー法(CZ法)、あるいは液体封止チョクラルスキー法(LEC法)による単結晶の製造は、はじめ原料多結晶と必要であれば液体封止剤をるつぼに入れ、これを溶融したのち、引上げ軸に取り付けた種結晶を融液に浸し、引上げ軸とるつぼをゆっくり回転し、ゆっくりと引上げながら結晶成長を行っている。

結晶となる物質が化合物である場合には、るつぼ内で合成し、それを原料とする場合もある。

## [発明が解決しようとする問題点]

上述の従来の方法では、原料多結晶に酸化物の不純物があると、それが遊離し、原料融液の表面あるいは液体封止剤中に浮き、成長中の結晶にまわりついて、単結晶化が妨げられることが多かった。

## [発明の構成]

本発明は、上記問題の解決のために、原料融液

を摘たし、回転しているるつばの中に、るつば、引上軸と同心配置の放射状の羽根を入れ、浮いているスカム(scum)をるつばの壁近くまで追いやった後、羽根を上昇し、その後種付けを行って成長を開始するものである。

第1図は本発明装置の概略を示す。7はるつばであり、8はるつば7を保持し、回転できる下軸である。4は回転し、上下できる引上げ軸であり、1は引上げ軸4、るつば7と同心に配置された羽根であり、2は羽根1を上下に昇降できる軸である。第2図には第1図羽根1の一例を上面図で示す。第1図において、8は原料融液を示し、9は液体封止剤を示し、5はスカムを示し、3は引上軸4の先端下面に取り付けられた種結晶を示し、図示していないが全体は反応容器に封入され、前記引上げ軸4、羽根1を保持する軸2は反応容器とシール状態で貫通するように構成する。

第2図(a)、(b)、(c)、(d)は本発明による作業手順を示している。(a)図に示すようにるつば7を回転した状態で加熱し、原料は融液8となり、その上

を液体封止剤9で覆う。(b)図に示すように、羽根1を軸2によって下降させ、液体封止剤9の中に浸す。液体封止剤9中にあるスカム5はるつば7の回転により、(c)図に示すように、羽根1に近い次第にるつば7の壁に近い方に移され、結果的にるつば7の中心部のひろい範囲にわたりスカム5がなくなる。その後(d)図に示すように、羽根1を軸2によって引上げ、引上げ軸4を下降させ、種結晶3を原料融液8へ浸して結晶引上げを開始する。(e)は結晶を示す。

液体封止剤を用い、又は用いない場合、原料融液8の表面に羽根1を浸して同様に作業する。この場合、羽根1を保持する軸2の上下位置を調整して繰返すことができる。羽根1の材質としてはPBNが最適である。

#### 〔試験例〕

内径150mmのPBNるつばにGaAs多結晶3kg、 $B_2O_3$ 500gを入れて加熱融解し、単結晶の育成を試みた。

本発明を採用しないで行った20回の結晶成長で

ることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の装置の概略図である。第2図は、第1図装置の羽根の一例を示す。第3図(a)、(b)、(c)、(d)は、本発明の手順説明図である。

1…羽根、2…軸、3…種結晶、4…引上げ軸、5…スカム、6…原料融液、7…るつば、8…下軸、9…液体封止剤、10…結晶。

代理人 弁理士 青木秀實

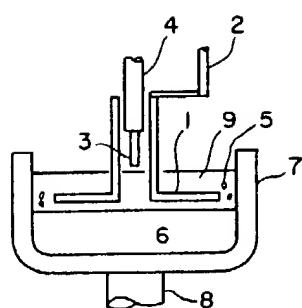
は、スカムのためと思われる多結晶化が4回起こり、単結晶化率は80%であった。本発明を採用した20回の結晶成長について、以下に記す。羽根の外径148mm内径40mmのPBN製のものを用い、原料融液後に、GaAsメルトの上1mmのところこれを降ろし、るつばを35r.p.mで回転させた。これによりスカムが周囲においやられ、PBNるつばの内面に付着した。その後種付けを行ったところ、20回の結晶で18回単結晶が成長し、単結晶化率は90%に向上した。

#### 〔発明の効果〕

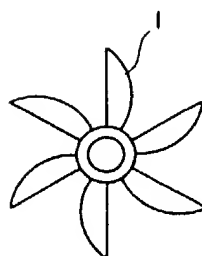
以上説明のように、本発明方法によれば、単結晶の製造において、原料融液又は封止剤に混在するスカムをるつばの壁付近に追いやって、スカムによる単結晶成長の妨げを抑止しすることができる。

又、引上げ軸、るつばと同心に、軸によって昇降できる羽根を取付けることによって、スカムをるつば壁付近に追いやることができ、この作業の終了後、引上げて直ちに種付け、単結晶成長に入

第 1 図



第 2 図



第 3 図

